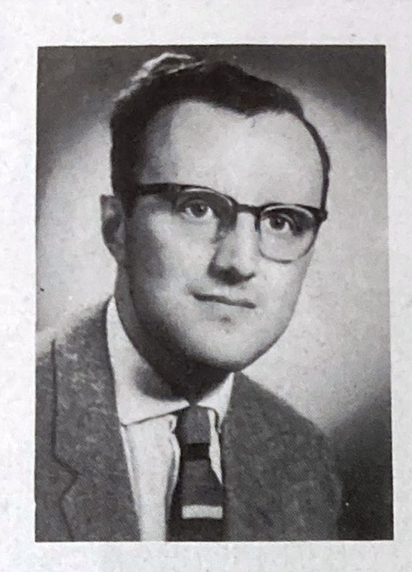


Joseph Braunbeck

geboren am 27.5.1933 in Zagreb, Jugoslawien. Studium der technischen Physik an der Technischen Hochschule Wien. 1957 Diplomarbeit bei F. Regler über „Wellenlängenabhängigkeit einer Photozelle für Röntgenstrahlen mit Eisenkathode." 1958-61 im Entwicklungslabor der Firma Bodenseewerk Perkin-Elmer & Co., G.m.b.H., Überlingen/Bodensee, tätig. 1961 Promotion an der T.H. Wien mit einer bei F. Lihl durchgeführten Arbeit über „Optische Eigenschaften flüssigkeitsgetränkter poröser Feststoffe." Seit Ende 1961 Mitarbeiter des Varian Research Laboratory, Zürich. Arbeiten über Strahlungsdetektoren, Röntgenfarbphotographien, Christianseneffekt, Magnetorotation, Laseroptik.

Ein automatisches Polarimeter

Von Dipl.-Ing. Dr. techn. J. Braunbeck, Zürich

Bei den optischen Analysengeräten werden die subjektiven, visuellen Verfahren immer mehr durch objektive, photoelektrische Verfahren ersetzt. Diese Umstellung bringt zwei Vorteile mit sich. Einerseits wird die Messung durch den Übergang auf die Photozelle von persönlichen Größen des Beobachters weitgehend unabhängig, zum anderen kann auch in Spektralgebieten gemessen werden, welche dem menschlichen Auge nicht zugänglich sind.

Das Polarimeter 141 dient zur lichtelektrischen Messung optischer Drehungen mit einer Genauigkeit von $\pm 2 \cdot 10^{-3}$ Winkelgraden. Das Meßergebnis wird an einem Zählwerk angezeigt.

Abb. 1 zeigt das Prinzip des Gerätes. Als Lichtquelle kann wahlweise eine Natriumdampflampe oder eine Quecksilberdampflampe eingeschaltet werden, die auf einer Drehscheibe montiert sind, bei deren Umdrehung nicht nur die Lichtquelle, sondern gleichzeitig die Stromversorgung gewechselt wird. Vor der Lichtquelle befindet sich ein Filterrad mit Interferenzfiltern zur Aussonderung der einzelnen Spektrallinien der Quecksilberdampflampe. Serienmäßig sind Filter für die Linien 365, 436, 546 und 578 mμ eingebaut. Aus dem Licht der Natriumdampflampe werden

die Linien des Zündgases durch ein Farbglas herausgefiltert. Außer diesen Filtern enthält das Filterrad noch einen leeren Platz, in den wahlweise ein Filter für besondere Aufgaben eingesetzt werden kann. Das durch die Filter monochromatisierte Licht der Spektrallampe wird durch den Polarisator in seiner Schwingungsebene moduliert und passiert so die zu untersuchende Probe. Hinter der Probe befindet sich der drehbare Analysator, der mit einem Photomultiplier der Type 1 P 28 gekoppelt ist.

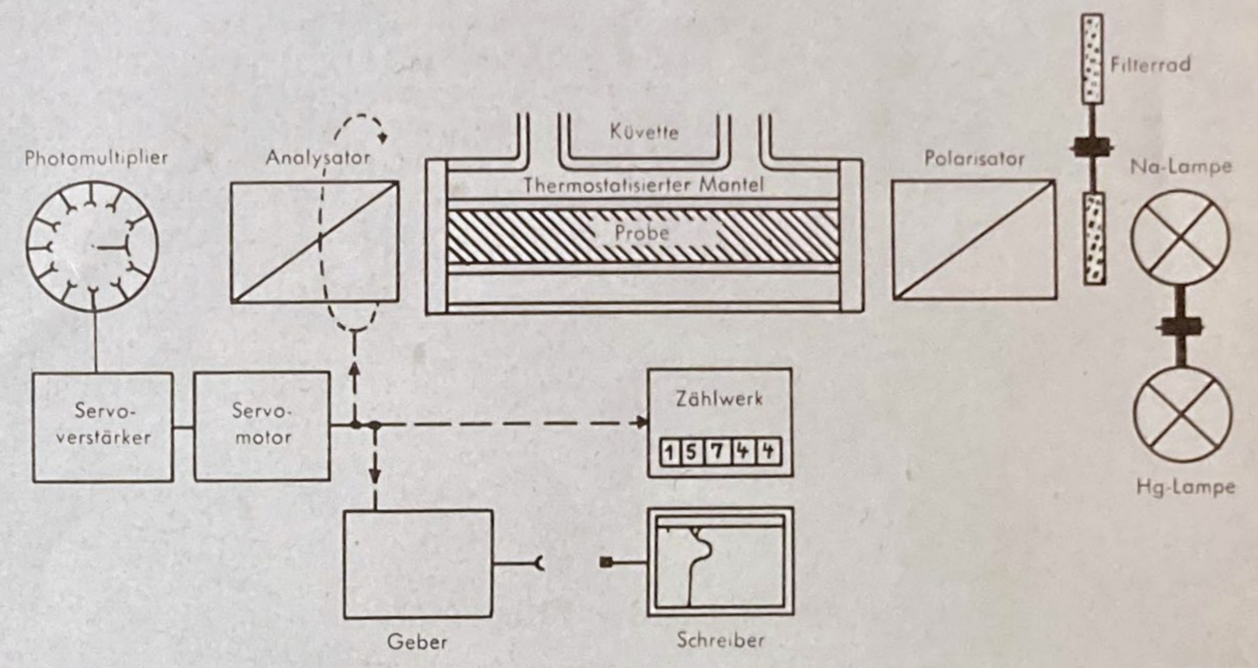


Abb. 1 Funktionsschema des Polarimeters 141 mit Registriereinrichtung

Am Analysator erzeugen die Schwingungen der Polarisationsebene des Lichtes eine Helligkeitsmodulation, die vom Photomultiplier in eine Wechselspannung umgewandelt wird, deren Amplitude und Phase von der relativen Stellung von Analysator und Polarisator abhängt. Bei Senkrechtstellung beider Polarisationsprismen ist dieses Signal null, das Gerät ist in der Nullstellung. Ist der Analysator gegen diese Nullstellung verdreht, so wird er durch ein vom Multipliersignal gesteuertes Servosystem in die Nullstellung zurückgedreht. Das Servosystem besteht aus dem Photomultiplier als Signallieferanten, dem Verstärker und einem Servomotor mit phasenabhängiger Laufrichtung, der über ein Untersetzungsgetriebe mit dem Analysator verbunden ist. An das Untersetzungsgetriebe ist außerdem mechanisch ein Zählwerk angekoppelt, durch das die Drehung des Analysators in tausendstel Graden angezeigt wird. Wird die Polarisationsebene des Lichtes durch die Probe gedreht, so läuft der Analysator in die neue Ruhestellung, und die Drehung der Probe wird auf dem Zählwerk angezeigt.

Zur Messung schaltet man das Polarimeter ein und läßt den Analysator in die Ruhestellung laufen. Zur Kompensation der Eigendrehung optisch aktiver Lösungsmittel wird diese Justierung mit dem Lösungsmittel im Strahlengang vorgenommen. Sodann stellt man das Zählwerk mit Hilfe einer Taste auf den Wert Null. Wird die eigentliche Probe in den Strahlengang eingesetzt, dann wird der Analysator vom Servosystem in die neue Nullstellung des Systems gedreht, welche von der vorherigen Ruhestellung um die Drehung des Präparates verschieden ist. Die vom Zählwerk angezeigte Drehung des Präparates kann durch ein zusätzliches Geberpotentiometer auf einem Schreiber kontinuierlich registriert werden. Das serienmäßige Gerät enthält bereits alle Vorkehrungen für den Einbau dieses Geberpotentiometers.



Abb. 2 Gesamtansicht des Gerätes

An das in Abb. 2 dargestellte Gerät ist das Lampenhaus mit den beiden Spektrallampen und ihrem Stromversorgungsteil rechts als abnehmbare Einheit angebaut. Dies ermöglicht es, das Lampenhaus abzunehmen und einen Monochromator für Messungen der Rotationsdispersion anzusetzen. In der Mitte des Gerätes ist der Probenraum, über dem sich das Zählwerk zur Anzeige des Messwertes befindet. Die Bedienungselemente sind an der vorderen Unterkante des Gerätes zusammengefaßt. Von links nach rechts sieht man die Verstärkungsregelung, die Schalter für Verstärker und Lichtquelle, den Filterwähler und den Nullabgleich für das Geberpotentiometer.

Abb. 3 zeigt den Probenraum mit eingelegter Küvette. Oberhalb der Küvette sieht man das Zählwerk für die Anzeige des Messwertes, mit dem Nullstellhebel auf der linken Seite. Der Proben-

raumdeckel ist mit einem Schalter gekoppelt, der beim Schließen des Probenraumes das Servosystem in Tätigkeit setzt.

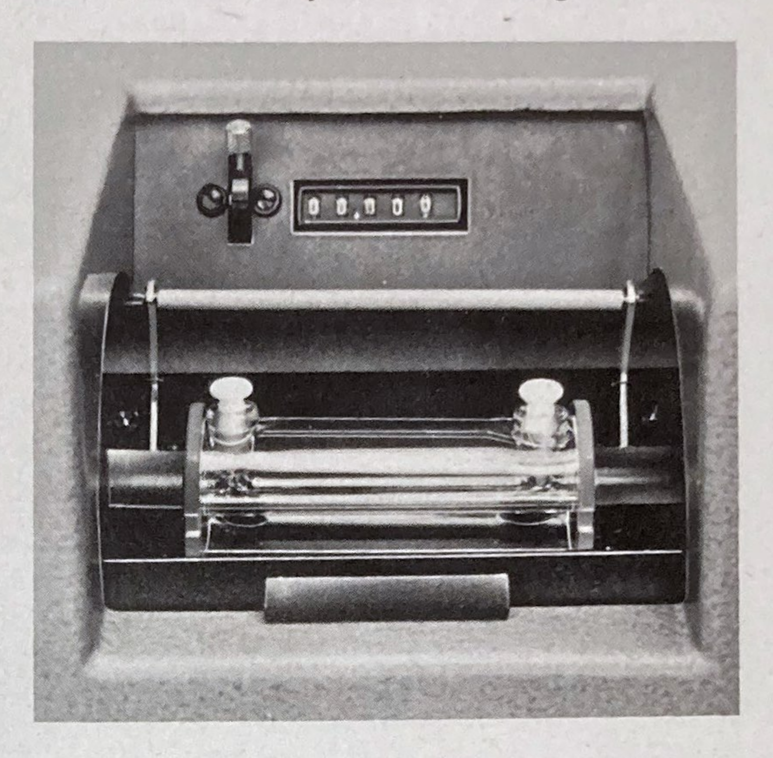


Abb. 3 Der geöffnete Probenraum mit eingelegter Küvette, darüber das Zählwerk zur Drehungsanzeige

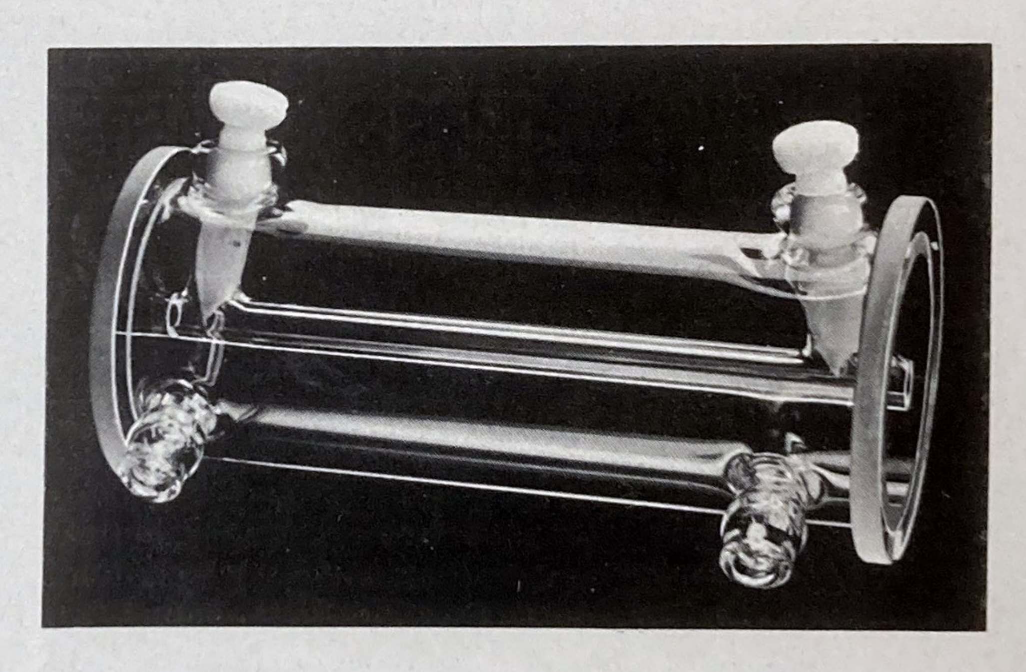


Abb. 4 Mikroküvette mit verringertem Querschnitt

Die Standardküvette zum Polarimeter 141 besteht ganz aus Glas. Der Thermostatenmantel sowie die Fenster sind nach einem Spezialverfahren aufgeschweißt, wodurch die Küvette äußerst spannungsfrei ist, was bei den üblichen Küvetten für visuelle Po-

larimetrie mit durch Dichtungsringe aufgesetzten Fenstern nicht immer der Fall ist. Die Küvette besteht aus optischem Spezialglas, kann aber für Rotationsdispersionsuntersuchungen auch aus Quarzglas hergestellt werden. Die Schichtdicke der Standardküvette beträgt 100 mm, der Substanzbedarf 5 ml. Für Untersuchungen mit geringen Substanzmengen ist eine Mikroküvette vorgesehen (Abb. 4), die in ihrem Aufbau der Normalküvette analog ist. Sie hat jedoch einen geringeren Querschnitt, wodurch der Substanzbedarf einschließlich den Einfüllstutzen auf 1 ml verringert wird. Für Untersuchungen mit stark drehenden Substanzen dient die in Abb. 5 dargestellte Kurzwegküvette mit einer Schichtdicke von 15 mm.

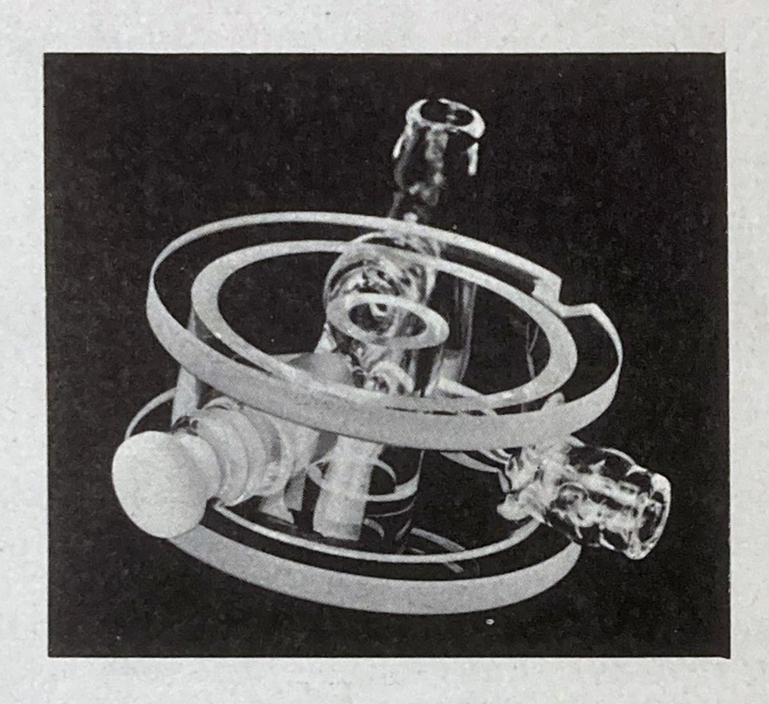


Abb. 5 Kurzwegküvette für stark drehende Substanzen

Außer den hier gezeigten Küvetten wurde für das Polarimeter 141 noch eine Durchflußküvette und eine sogenannte Becherglasküvette geschaffen. Letztere ist eine nicht temperierte Küvette mit großer Einfüllöffnung, in welche die zu untersuchende Probe für Übersichtsmessungen einfach hineingekippt werden kann. Ihre Vorteile sind die leichte Reinigung sowie die Möglichkeit, Reaktionen im Inneren der Küvette stattfinden zu lassen.

Abb. 6 zeigt das geöffnete Lampenhaus mit dem Stromversorgungsteil und dem Kühlgebläse, durch das der Netzteil besonders klein gehalten werden konnte. Links ist die Drehscheibe mit den beiden Lampen, auf dem Bild im Vordergrund die Quecksilberdampflampe, dahinter, dem Polarimeter zugewandt, die Natriumdampflampe.

Der elektronische Teil des Gerätes ist auf einer gedruckten Schaltungsplatte aufgebaut.

Die Verwendung eines Polarimeters für analytisch-technische Untersuchungen ist so weitgehend bekannt, daß hier nicht näher darauf eingegangen werden soll.

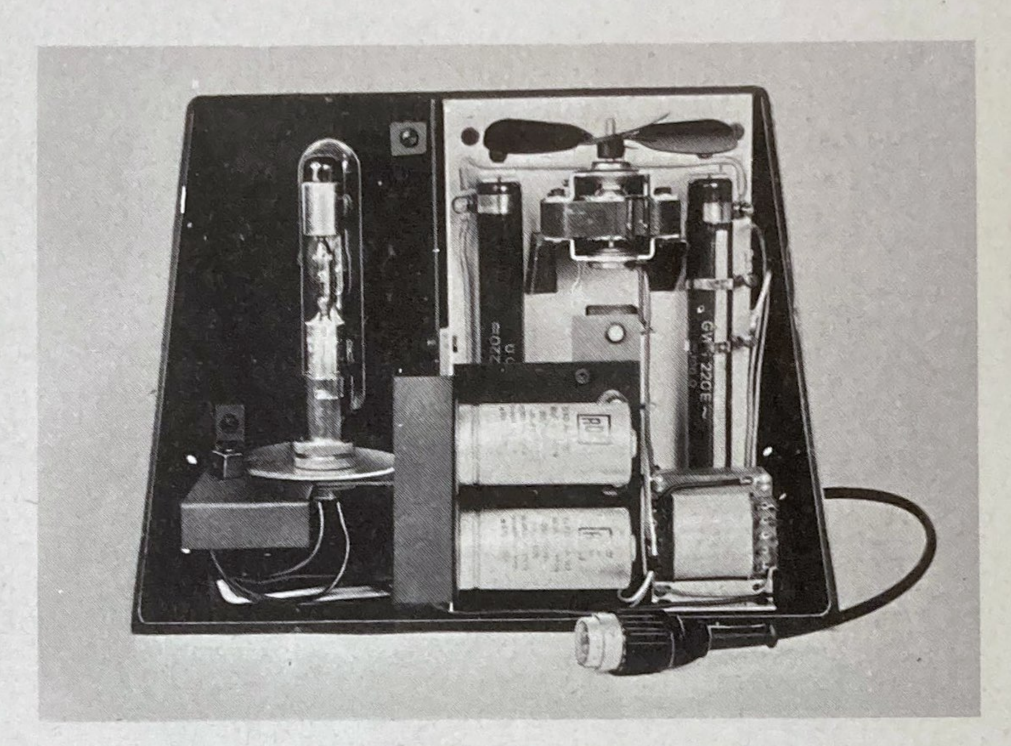


Abb. 6 Lampenhaus mit den beiden Spektrallampen, Stromversorgungsteil und Kühlgebläse

Hingegen soll die Aufmerksamkeit auf ein spezielles Problem gelenkt werden, dessen Untersuchung dank der hohen Empfindlichkeit des Polarimeters 141 mit diesem besonders leicht ist. Es handelt sich um den sogenannten Faraday-Effekt, die durch magnetische Felder erzwungene Drehung der Polarisationsebene. Substanzen, die normalerweise optisch inaktiv sind, wie z. B. Wasser, Schwefelkohlenstoff u. a. werden im Magnetfeld optisch aktiv und drehen also die Ebene des polarisierten Lichtes. Für den Faraday-Effekt gilt die Beziehung $\varphi = V \cdot D \cdot H \cdot \cos \psi$. φ ist der Drehwinkel, V die sogen. Verdet'sche Konstante (benannt nach dem Physiker Verdet, der den Faraday-Effekt erstmals qualitativ untersuchte), D die Schichtdicke, H die Stärke des Magnetfeldes und ψ der Winkel zwischen den magnetischen Kraftlinien und der optischen Achse. Umgibt man die Küvette mit einigen Drahtwindungen durch die man einen Strom von einigen 100 mA schickt, so kann man mit dem Polarimeter 141 sehr deutlich die Drehung durch den Faraday-Effekt beobachten. Die Untersuchung des Faraday-Effektes wurde in den letzten Jahren sehr vernach-

lässigt, weil bei den visuellen Polarimetern große Magnetfelder oder sehr große Schichtdicken erforderlich waren, um zu verwertbaren Meßwerten zu kommen. Die hohe Empfindlichkeit photoelektrischer Polarimeter erlaubt die Untersuchung des Faraday-Effektes mit einfachen Mitteln.

Die Schaltung einer Faraday-Küvette für das Polarimeter zeigt Abb. 7. Außer der Wicklung auf der Küvette wird nur noch ein Schalter, ein Polwender und eine Stromquelle (Taschenlampenbatterie) benötigt.

Küvette

S_2

R

I

B

S_1

Abb. 7
Schaltbild des Magnetorotations-Zusatzes zum Polarimeter 141, bestehend aus Taschenlampenbatterie B, Schalter S_1, Milliamperemeter I, Vorwider-Vorwiderstand R, Polwender S_2 und bewickelter Küvette

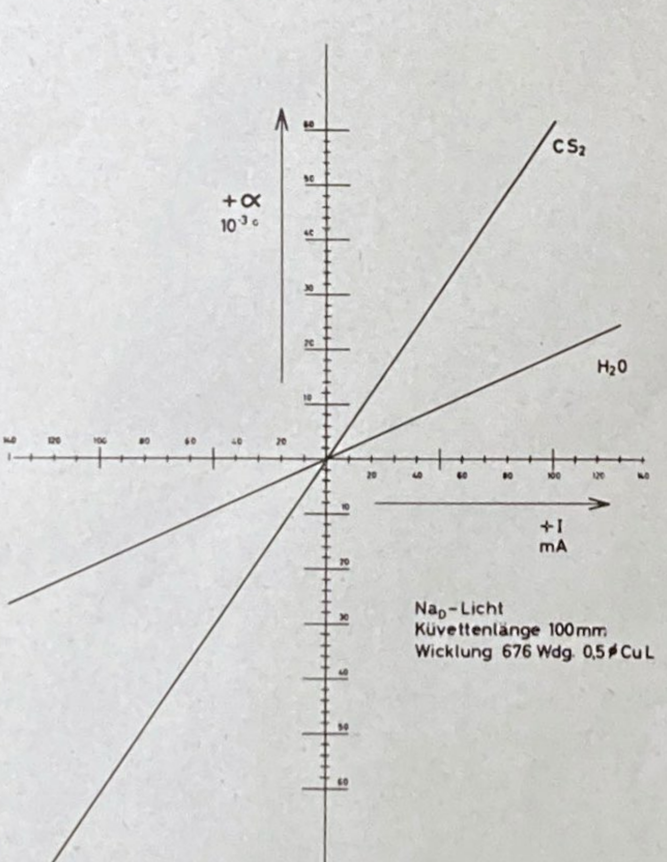


Abb. 8
Drehung von CS_2 und H_2O in Abhängigkeit vom Magnetisierungsstrom, gemessen bei Na_D-Licht

Der Drehwinkel ist dem Strom durch die Küvette streng proportional. Abb. 8 zeigt die Drehung der Polarisationsebene in einer mit Schwefelkohlenstoff bzw. Wasser gefüllten Küvette in Abhängigkeit von der Stromstärke. Man kann nun Relativbestimmungen der Verdetkonstante von Proben vornehmen, wenn man zuerst die Drehung mit Wasser und dann die mit der Probe bei gleichem Strome mißt. Die Drehungen sind sodann den Verdetkonstanten beider Stoffe proportional.

Das Polarimeter 141 kann auch sehr leicht in Versuchsanordnungen zur Messung der Rotationsdispersion eingebaut werden, wobei man mit einfachen Mitteln überraschend gute Resultate erzielen kann. Für orientierende Vorversuche wurde ein einfacher Gittermonochromator, wie er für Zwecke der Interferenzmikroskopie im Handel erhältlich ist, mit einer Autoscheinwerferlampe kombiniert als Lichtquelle vor das Gerät gesetzt. Auf diese Weise kann die Rotationsdispersion sowohl bei der normalen Drehung als auch bei der Magnetorotation untersucht werden.

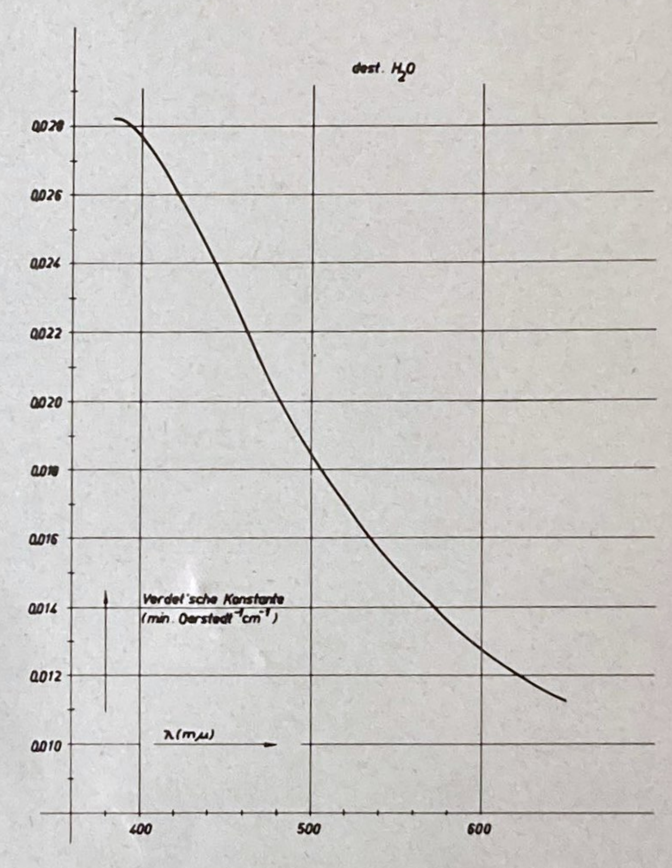


Abb. 9 Magnetorotationsdispersion von dest. H_2O

Abb. 9 zeigt die Magnetorotationsdispersion von destilliertem Wasser. Diese Kurve stimmt weitgehend mit den Literaturwerten überein.